

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2002047581  
PUBLICATION DATE : 15-02-02

APPLICATION DATE : 01-08-00  
APPLICATION NUMBER : 2000232965

APPLICANT : ALLIED MATERIAL CORP;

INVENTOR : AMANO YOSHINARI;

INT.CL. : C23C 30/00 C22C 27/04

TITLE : Mo MATERIAL PROVIDED WITH WELDING PREVENTIVE LAYER AND ITS PRODUCTION METHOD

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an Mo material provided with a welding preventive layer which contributes to saving energy and to provide its production method.

SOLUTION: This method for producing an Mo material provided with a welding preventive layer includes a stage in which an Mo-containing metallic sheet or boat is charged into powder obtained by mixing the metal powder of at least one kind selected from aluminum, chromium and titanium and alumina powder, and heating it higher than such a temperature that the metal of aluminum, chromium or titanium is diffused into the Mo-containing metallic sheet in a reducing atmosphere and a stage in which the same is oxidized in an oxidizing atmosphere, and a dense oxide layer is applied on the surface. The Mo material has a structure in which the outer most layer is composed of a dense welding preventive layer composed of the oxide of the constituting elements of the above metal powder, the lower part thereof is composed of an alloy layer in which the above constituting elements are diffused into the Mo or Mo alloy, and the lower part thereof is composed of an Mo or Mo alloy layer.

COPYRIGHT: (C)2002,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-47581

(P2002-47581A)

(43) 公開日 平成14年2月15日 (2002.2.15)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 2 3 C 30/00		C 2 3 C 30/00	C 4 K 0 4 4
C 2 2 C 27/04	1 0 2	C 2 2 C 27/04	1 0 2

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願2000-232965 (P2000-232965)

(22) 出願日 平成12年8月1日 (2000.8.1)

(71) 出願人 000220103

株式会社アライドマテリアル  
東京都台東区北上野二丁目23番5号

(72) 発明者 伊藤 正幸

山形県酒田市大浜二丁目1番12号 酒田東  
京タングステン株式会社内

(72) 発明者 遠藤 求

山形県酒田市大浜二丁目1番12号 酒田東  
京タングステン株式会社内

(74) 代理人 100071272

弁理士 後藤 洋介 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 溶着防止層を具備したMo材料及びその製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 省エネが可能な溶着防止層を具備したMo材料及びその製造方法とを提供する。

【解決手段】 溶着防止層を具備したMo材料の製造方法は、Moを含む金属の板又はボートをアルミニウム、クロム、及びチタンのうちの少なくとも一種からなる金属粉末と、アルミナ粉末とを混合した粉末中にいれ、還元雰囲気中でMoを含む金属板中にアルミニウム、クロム、チタンの金属が拡散する温度以上に加熱する工程と、これを酸化雰囲気中で酸化させ表面に緻密な酸化物層を付与する工程とを備えている。このMo材料は、最外層が前記金属粉末の構成元素の酸化物からなる緻密な溶着防止層であり、その下がMoあるいはMo合金に前記構成元素が拡散した合金層からなり、その下がMoあるいはMo合金層からなる構造を有する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Moを含む金属材料に、アルミニウム、クロム及びチタンの内の少なくとも一種の元素の酸化物からなる緻密な溶着防止層を付与したことを特徴とする溶着防止層を具備したMo材料。

【請求項2】 請求項1記載の溶着防止層を具備したMo材料において、最外層と、基部層とその間に形成された中間層とを備え、前記最外層はアルミニウム、クロム、チタンの内の少なくとも一種の酸化物からなる緻密な溶着防止層であり、前記基部層はMoあるいはMo合金層からなり、前記中間層は、MoあるいはMo合金に前記最外層を構成する酸化物の元素が拡散した合金層からなることを特徴とする溶着防止層を具備したMo材料。

【請求項3】 請求項1又は2記載の溶着防止層を具備したMo材料において、前記Mo又はMo合金には、ランタン酸化物がドーブされていることを特徴とする溶着防止層を具備したMo材料。

【請求項4】 請求項1乃至3の内のいずれか一つに記載の溶着防止層を具備したMo材料から実質的になることを特徴とする焼結又は熱処理用Moポート。

【請求項5】 請求項1乃至3の内のいずれか一つに記載の溶着防止層を具備したMo材料から実質的になることを特徴とする焼結又は熱処理用Moセッター。

【請求項6】 Moを含む金属の板又はポートをアルミニウム、クロム、及びチタンのうちの少なくとも一種からなる金属粉末と、アルミナ粉末とを混合した粉末中にいれ、還元雰囲気中でMoを含む金属板中にアルミニウム、クロム、チタンの金属が拡散する温度以上に加熱する工程と、これを酸化雰囲気中で酸化させ表面に緻密な酸化物層を付与する工程とを備え、最外層が前記金属粉末の構成元素の酸化物からなる緻密な溶着防止層であり、その下がMoあるいはMo合金に前記構成元素が拡散した合金層からなり、その下がMoあるいはMo合金層からなる構造を有するMo材料を得ることを特徴とする溶着防止層を具備したMo材料の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、鉄、ステンレス系、銅等の非鉄合金、タングステン系超合金などの焼結あるいは熱処理などのポートやセッターに使用するMoあるいはMo合金材料（以下、両者を併せて単にMo材料と呼ぶ）及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、鉄、ステンレス系、銅等の非鉄合金、タングステン系超合金などの焼結あるいは熱処理に用いられるポートやセッターには、アルミナ、アルミナ・シリカなどの耐火物が使用されている。

【0003】焼結あるいは熱処理時に使用するアルミナ、アルミナ・シリカなどの耐火物は、処理体と反応が

しない事から広範囲で使用されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、アルミナ、アルミナ・シリカなどの耐火物は、使用時の熱衝撃あるいは重量変形に耐える必要があるため厚みを厚くする必要があり、時間当たりの処理量に制限があると共に、耐火物の熱容量も大きい為、電力、水素などの消費量が多いという問題がある。

【0005】また、近年は金属射出成形による鉄系、銅系、あるいはタングステン系焼結材料が実用化されている。このような射出成形法では、成型時に使用した熱可塑性樹脂の脱脂を行い、その後焼結する工程を得る。通常は、鉄系のポート中で脱脂を行い、焼結時に耐火物に入れ替えて行う場合が多く、労力を要するという問題がある。

【0006】そこで、本発明の一技術課題は、表面にアルミナ、酸化クロムあるいは酸化チタン等の緻密な酸化物層を付与することによってMoあるいはMo合金ポートやセッターにする事により鉄系、銅系、あるいはタングステン系合金の熱処理、焼結時の相互反応を防止し、ポートあるいはセッターの厚みを薄くして処理量が多く、且つ、熱容量が少ない事による省エネが可能な溶着防止層を具備したMo材料と、その製造方法とを提供することにある。

【0007】また、本発明のもう一つの技術的課題は、前記Mo材料を用いた合金ポート及びセッターを提供することにある。

【0008】また、本発明の他の技術課題は、拡散処理によって傾斜機能的に合金化させることによって高寿命化したMoあるいはMo合金のポート及びセッターを提供する事にある。

【0009】さらに、本発明のさらに、もう一つの技術的課題は、長寿命のポート及びセッターの製造方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、熱間、冷間圧延したMoあるいはMo合金板の所定形状の板あるいはポートをアルミニウム、クロム、チタンの金属粉末とアルミナ粉末を混合した粉末中に入れ、還元雰囲気中でMoあるいはMo合金中にアルミニウム、クロム、チタンの金属が拡散する温度以上に加熱する工程と、これを酸化雰囲気中で酸化させ表面に緻密な酸化物層を付与する事からなる最外層がアルミニウム、クロム、チタンの酸化物の緻密な層であり、その下がMoあるいはMo合金でアルミニウム、クロム、チタンが拡散した合金層からなり、その下がMoあるいはMo合金層からなる構造を有するMoあるいはMo合金にする事によって、

（イ）鉄系、銅系あるいはタングステン系材料の熱処理、焼結時に相互に反応する事が無く、（ロ）耐火物と比較して肉厚を薄く出来る事によって単位体積当たりの

挿入量が増し、(ハ)熱容量が少ない事による省エネが可能となるポート、及びセッター材料を見だし、本発明をなすに至ったものである。

【0011】即ち、本発明によれば、Moを含む金属材料に、アルミニウム、クロム及びチタンの内の少なくとも一種の元素の酸化物からなる緻密な溶着防止層を付与したことを特徴とする溶着防止層を具備したMo材料が得られる。

【0012】また、本発明によれば、前記溶着防止層を具備したMo材料において、最外層と、基部層とその間に形成された中間層とを備え、前記最外層はアルミニウム、クロム、チタンの内の少なくとも一種の酸化物からなる緻密な溶着防止層であり、前記基部層はMoあるいはMo合金層からなり、前記中間層は、MoあるいはMo合金に前記最外層を構成する酸化物の元素が拡散した合金層からなることを特徴とする溶着防止層を具備したMo材料が得られる。

【0013】また、本発明によれば、前記いずれかの溶着防止層を具備したMo材料において、前記Mo又はMo合金には、ランタン酸化物がドーブされていることを特徴とする溶着防止層を具備したMo材料が得られる。

【0014】また、本発明によれば、前記いずれか一つの溶着防止層を具備したMo材料から実質的になることを特徴とする焼結あるいは熱処理用Moポートが得られる。

【0015】また、本発明によれば、前記いずれか一つの溶着防止層を具備したMo材料から実質的になることを特徴とする焼結あるいは熱処理用Moセッターが得られる。

【0016】また、本発明によれば、Moを含む金属の板又はポートをアルミニウム、クロム、及びチタンのうちの少なくとも一種からなる金属粉末と、アルミナ粉末とを混合した粉末中にいれ、還元雰囲気中でMoを含む金属板中にアルミニウム、クロム、チタンの金属が拡散する温度以上に加熱する工程と、これを酸化雰囲気中で酸化させ表面に緻密な酸化物層を付与する工程とを備え、最外層が前記金属粉末の構成元素の酸化物からなる緻密な溶着防止層であり、その下がMoあるいはMo合金に前記構成元素が拡散した合金層からなり、その下がMoあるいはMo合金層からなる構造を有するMo材料を得ることを特徴とする溶着防止層を具備したMo材料の製造方法が得られる。

【0017】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について説明する。

【0018】まず、本発明の実施の形態によるMoを含む金属材料を用いたポート及びセッターの製造方法について述べる。

【0019】まず、粒径が1~100 $\mu$ mのアルミニウム、クロム、チタン金属粉末と粒径が1~100 $\mu$ mの

アルミナ粉末を1:2~2:1の割合で秤量後、V型ミキサーで混合する。金属粉末の比率が高いと処理後の表面の凹凸が大きくなるためである。又、少なすぎると拡散層が不均一になるためである。この混合粉末中に、通常のMoあるいはMo合金の1~3mmの板厚からなるポートあるいはセッターを埋め込む。ポートあるいはセッターがこの混合粉末に覆われていないと拡散がおこなわれない為に埋め込む事が必要である。次に、還元雰囲気中で0.5~2.0時間拡散処理をする。クロムにあっては1000~2000℃で、チタンにあっては1700~1800℃で、アルミニウムにあっては1200~1300℃で処理する。このような温度範囲は、各々の金属にとっての温度が低いと拡散が極端に少なく、又、高いと金属粉末の付着が激しくなるためである。

【0020】次に、拡散処理したMoあるいはMo合金のポート、セッターからアルミナと金属の混合粉末を刷毛あるいはショットブラストで取り除く。ショットブラストは、表面の粉末が取り除かれる程度が適当である。その後、ポート、セッターを500~700℃の空気あるいは酸素雰囲気中で0.5~2時間酸化処理をして、表面にアルミニウム、あるいはクロムあるいはチタンの酸化物を形成させる。というのは、700℃を越えると形成される酸化物層が粗く、剥がれやすくなる為である。又、低温で長時間行うほうが緻密な酸化物層になるが、経済的には500℃以上が好ましい。

【0021】以下、本発明について更に具体的に説明する。

【0022】(第1の実施の形態)平均粒径2.0 $\mu$ mのアルミニウム粉末、クロム粉末、10 $\mu$ mのチタン粉末と平均粒径15 $\mu$ mのアルミナ粉末を重量比で各々1:1に秤量して、手混合した。次に、アルミナ耐火ポート中に40×40×1.5mmの純Mo及びLa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を1重量%分散したMo合金板を置き、上記の3種の混合粉末で包み込んだ。その後、水素雰囲気中、クロムにあっては1950℃で、チタンにあっては1750℃で、アルミニウムにあっては1250℃にて3時間拡散させた。この拡散処理したMo及びMo合金から粉末を除去し、600℃、空気中で1時間、酸化処理した。得られた合金を樹脂中に埋め込み、断面の組織、EPMAによる拡散元素の分布を観察、測定した。その結果を下記表1に示す。

【0023】

【表1】

拡散金属	表面酸化物(X線分析)	拡散の有無
アルミ	有り(A <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	有り
クロム	有り(Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	有り
チタン	有り(Ti <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	有り

【0024】上記表1のいずれの試料も、アルミニウム、クロム、チタンが夫々拡散していた。又、表面をX線解析した結果、ごく微量のMo酸化物以外は各々の拡

散金属の酸化物のみが観察された。

【0025】(第2の実施形態)第1の実施にて作製した材料につき、直径10mm×厚み2mmのFe、SUS、35Cu-65Mo、30Cu-70W、及びW-3Ni-1.5Cuの夫々の成形体上において、下記表2の条件で焼結した。焼結後相互の付着の有無を調査\*

	Fe	SUS	35Cu-65Mo	30Cu-70W	W-3Ni-1.5Cu
本発明 Mo	無し	無し	無し	無し	無し
本発明 Mo 合金	無し	無し	無し	無し	無し
比較例 Mo	有り	有り	有り	有り	有り
比較例 Mo 合金	有り	有り	有り	有り	有り
焼結温度℃	1200	1250	1300	1300	1360

【0028】(第3の実施の形態)220×220×2mmの純Mo板にクロムを第1の実施の形態に示した条件と同じ条件で作製した。このセッターにて、SUS及び35Cu-65Moの成形体を水素雰囲気中で各々1250℃、1300℃にて焼結する際、このセッターに成形体を直置きして行った。30回行っても、セッターのそり、ワレは無く、且つ、溶着する事がなく良好に焼結する事が出来た。

【0029】

【発明の効果】以上、説明したように、本発明によれ ※

\*した。その結果を下記表2に示す。

【0026】尚、比較の為、拡散処理をしないMo、及びMo合金の結果も下記表2に示した。

【0027】

【表2】

※ば、表面にクロム、アルミニウム、及びチタンのうちの少なくとも一種の酸化物層をもつMoあるいはMo合金のボート、あるいはセッターとする事により、鉄系、銅系あるいはタングステン系の熱処理、焼結時に相互に反応する事が無く、耐火物と比較して肉厚を薄くできることによって単位体積当たりの挿入量が増し、熱容量が少ない事による省エネが可能となるMo材料と、その製造と、それを用いた焼結あるいは熱処理用Moボート及びセッターとを提供することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 天野 良成  
山形県酒田市大浜二丁目1番12号 酒田東  
京タングステン株式会社内

Fターム(参考) 4K044 AA06 BA12 BA13 BA15 BB01  
CA12 CA62